

## 明 細 書

### 焼結軟磁性部材およびその製造方法

#### 技術分野

- [0001] 本発明は、焼結軟磁性部材およびその製造方法に係り、例えば、自動車用電子燃料噴射装置、油圧機器あるいは各種工作機器のソレノイドバルブに用いられるプランジャ、その他各種アクチュエータ等の、交流磁気特性とともに耐食性と強度を要求される部材に好適とされる焼結軟磁性部材およびその製造方法に関する。

#### 背景技術

- [0002] 自動車のエンジンにおける燃料供給装置としては、近年、排ガス規制の強化や省燃費などを背景として、電子制御による燃料噴射装置が、旧来のキャブレタに替わって、その装着率を伸ばしつつある。このような電子制御燃料噴射装置や、油圧機器および各種工作機器のソレノイドバルブに用いられるプランジャは、応答性のための高い交流磁気特性、相手材との繰り返し衝撃に耐えうる強度(耐摩耗性)、ならびに環境に対する耐食性が重要な要求特性となっている。また、自動車用の磁性部品はその使用環境から $-40^{\circ}\text{C}$ ～ $200^{\circ}\text{C}$ 程度の温度領域において、安定した磁気特性を有することも重要な要求特性となっている。
- [0003] ところで、上記燃料噴射装置等の電磁部品としては、耐食性や磁気特性が重要であり、特許文献1等の開示されている如く、クロム系の軟磁性ステンレス鋼が主に用いられ、塑性加工や切削加工等の機械成形方法により製造される。しかしながら、自動車用電子燃料噴射弁等の電磁部品は、部品形状が複雑で、かつ寸法精度が厳しいため、機械加工性と、耐食性や磁気特性の両立が困難であるとともに、加工費が高くなるという問題がある。
- [0004] これらの問題を解決するため、特許文献2や特許文献3等において、粉末冶金による製造方法が提案されている。特許文献2は、Fe-Cr合金粉とFe-Si合金粉とFe粉とからなる混合粉末、およびFe-Cr-Si合金粉とFe粉とからなる混合粉末を用い、圧粉成形-焼結する焼結軟磁性材料の製造方法を開示している。また、特許文献3は、ステンレス鋼微粉末とSi微粉末またはFe-Si微粉末を造粒した粉末を原料粉

末として用いることを開示している。

[0005] 特許文献1:特公平5-10419号公報

特許文献2:特開平7-179983号公報

特許文献3:特開2002-275600号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0006] ところが、上記特許文献2による焼結軟磁性材料は、合金成分を有する粉末と合金成分を含まない粉末(Fe粉)とを混合したものであることから、焼結後の材料は合金成分の分布が不均一となる。そのため磁気特性にばらつきが生じやすく、特にSiの分布が不均一であると、比抵抗が安定しないため鉄損が増加したり、透磁率が安定しないためアクチュエータとして使用した場合に応答性が悪くなる。また、耐食性および強度も部分によってムラが生じ、全体として耐食性および強度が低くなるという問題を有している。また、特許文献3による焼結軟磁性材料は、微粉を用いるため合金成分の分布が均一で、磁気特性、強度、耐食性等の特性は良好であるものの、工業的に高価な微粉末を用いること、および造粒する工程が必要になることによりコストが高くなるという問題を有している。

[0007] よって本発明は、合金成分の分布が均一な優れた磁気特性を有する焼結軟磁性部材を提供するとともに、これを安価に製造することができる製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明は上記目的を達成するためになされたものであって、本発明の焼結軟磁性部材は、耐食性の要求限度までCr含有量を抑制してFeの占積率を高めることにより磁気特性を向上させ、かつ、Siを含有させて電気抵抗および強度を向上させるとともに、使用環境温度に対する磁気特性を安定にしたことを骨子としている。具体的には、本発明の焼結軟磁性部材は、全体組成が、質量比で、Cr:2.9~7%、Si:1.5~6.88%、および残部がFeおよび不可避不純物からなることを特徴とする。

[0009] 本発明の第1の焼結軟磁性部材の製造方法は、上記のCrを固溶するFe-Cr合金粉末に、圧縮性の点で許容できる量のSiを与えたことを骨子とし、具体的には、Fe合

金粉末として、組成が、Cr:3～7質量%、Si:2～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなる粉末を使用することを特徴とする。

[0010] また、本発明の第2の焼結軟磁性部材の製造方法は、上記のFe合金粉末を用いるとともに、別途追加のSi量をSi微粉末の形態で与えることで、より多量のSiを与えたことを骨子としている。具体的には、本発明の第2の焼結軟磁性部材の製造方法は、Fe合金粉末として、組成が、Cr:3～7質量%、Si:2～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなる粉末を使用し、このFe合金粉末に、0.1～3.5質量%のSi微粉末を添加混合した混合粉末を用いることを特徴とする。

[0011] 本発明の第2の焼結軟磁性部材の製造方法において、混合粉末は、粉末を単に乾式混合したものでもよいが、水またはエタノール中にSi粉末を分散させた分散液にFe合金粉末を浸漬するか、もしくはこの分散液をFe合金粉末に噴霧し、この後、乾燥させて得たものを用いることが好ましい。また、この分散液に、混合粉末100質量%に対し1質量%以下の結合剤をさらに添加すると、より好ましい。上記の方法により混合粉末を構成すると簡便でよいが、従来より各種提案されている方法で、Fe合金粉末表面にSi微粉末をバインダを介して結着させた粉末を用いてもかまわない。

#### 発明の効果

[0012] 本発明の焼結軟磁性部材は、全体組成が、質量比で、Cr:2.9～7%、Si:1.5～6.88%、および残部がFeおよび不可避不純物からなることを特徴とするもので、耐食性の許容限度までCr含有量を低減させてFeの占積率を高めたことにより、十分な耐食性と優れた磁気特性を兼ね備えた焼結軟磁性部材が得られる。また、本発明の焼結軟磁性部材の製造方法は、Fe合金粉末として、組成が、Cr:3～7質量%、Si:2～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなる粉末を使用すること、または、よりSi量を増加したい場合には、このFe合金粉末に、0.1～3.5質量%のSi微粉末を添加混合した混合粉末を用いること、を特徴とするもので、得られる焼結軟磁性部材中の合金成分の分布が均一となる。また、高価な微粉末を用いないことに伴って、そのための造粒工程が不要になるので、安価に製造できる。

#### 発明を実施するための最良の形態

[0013] 以下、本発明の実施の形態を説明する。

まず、本発明の各元素の含有量、および粉末の粒径に関する数値的な規定の理由を以下に述べる。

Crは、部材の電気抵抗の向上に寄与するとともに、耐食性の向上に不可欠な元素である。Crは易酸化元素であり、部材の表面に強固な酸化被膜を形成して部材の耐食性の向上に寄与するが、この効果は、Crが3質量%未満では乏しい。一方、Cr量の増加に伴い耐食性は向上するが、磁気特性の観点からは、Fe量がしだいに減少するため磁束密度が低下し、Cr量が7質量%を超えると、磁束密度の低下が著しくなるため、7質量%を上限とする。

[0014] Siは、電気抵抗の向上に寄与するとともに、渦電流損を減少させて低鉄損化する効果、および結晶粒を粗大化させて透磁率を高くする効果、さらには環境温度による磁気特性の変化を抑制する効果を奏する。また、Fe基地を強化して部材の繰り返し衝撃に対する強度を向上させる効果を奏する。これらの効果は、Si量が1.5質量%未満では発揮されにくいことから、下限を1.5質量%とする。このようなSiは、できるだけFe合金粉末に固溶あるいは部分的に拡散付着して与えることが、合金成分の均一分布および取り扱いの点から好ましいが、3.5質量%を超える量のSiをFe合金粉末に固溶して与えると、粉末を硬くして圧縮性を損なうことから、上限を3.5質量%とする。

[0015] これらのことから、本発明の第1の焼結軟磁性部材の製造方法においては、組成が、質量比で、Cr:3~7%、Si:1.5~3.5%、および残部がFeおよび不可避不純物からなるFe合金粉末を使用することとした。なお、SiはFe基地に固溶してFe基地の硬さを増大させる作用があるが、後述する加熱焼鈍処理を施すことにより、このFe合金粉末に十分な圧縮性を付与することができる。

[0016] また、上記のSiの効果をより一層欲する場合には、上記のFe合金粉末に加えて、それ以上の量のSiをSi微粉末の形態で与えることとした。微粉末の形態でSiを与えると、後述のように、焼結軟磁性部材中のSiの分散を均一化することができる。ただし、0.1質量%未満の微量添加では追加効果が乏しく、Si微粉末の量が3.5質量%を超えると、混合粉末に占める微粉の量が多くなり、流動性の低下および圧縮性の低下が生じるため、Si微粉末の添加量を0.1~3.5質量%とした。このことから、本

発明の第2の焼結軟磁性部材の製造方法においては、組成が、質量比で、Cr:3~7%、Si:1.5~3.5%、および残部がFeおよび不可避不純物からなるFe合金粉末に、Si粉末:0.1~3.5質量%を添加した混合粉末を使用することとした。

[0017] 上記の本発明の第1の焼結軟磁性部材の製造方法により得られる焼結軟磁性部材は、全体組成が、質量比で、Cr:3~7%、Si:1.5~3.5%、および残部がFeおよび不可避不純物からなるとともに、合金成分が各部で均一な焼結軟磁性部材となる。また、上記の本発明の第2の焼結軟磁性部材の製造方法により得られる焼結軟磁性部材は、全体組成が、質量比で、Cr:2.9~6.99質量%、Si量は1.6~6.88質量%となり、残部はFeおよび不可避不純物からなるとともに、これも合金成分が各部で均一な焼結軟磁性部材となる。したがって、本発明の焼結軟磁性部材は、全体組成が、質量比で、Cr:2.9~7%、Si:1.5~6.88%、および残部がFeおよび不可避不純物からなるとともに、合金成分が各部で均一な焼結軟磁性部材となる。

[0018] 上記のFe合金粉末は、CrとSiを含有するが、CrもSiも焼き入れ性を改善する元素であり、このような元素を多量に含有するため、上記のFe合金粉末においてはアトマイズ時の冷却歪みの蓄積量が過大となっている。このため、アトマイズ後、通常行われている温度範囲(400~600℃)程度の焼鈍処理では、この歪みの除去が不十分であり、粉末が十分に軟化せず、圧縮性が低いものとなっている。このようなFe合金粉末であっても、粉末の拡散が生じ始める直前の温度域まで加熱して焼鈍することで、アトマイズ時の冷却歪みを除去することができ、Fe合金粉末の圧縮性を格段に改善することが可能となる。具体的には、このFe合金粉末に対し、600~800℃、好ましくは700~800℃の温度領域で加熱焼鈍を施すことで、圧縮性の改善が行える。ただし、800℃を超えると粉末どうしの拡散が生じ始め、この粉末の解砕の手間がかかるとともに、解砕時に粉末に加工歪みが加わり、焼鈍の効果が乏しくなる。

[0019] 上記の混合粉末において、Fe合金粉末として通常粉末冶金で用いられる平均粒径が75~150  $\mu\text{m}$ 程度の粉末を用い、Si微粉末として平均粒径が1~45  $\mu\text{m}$ の粉末を用いて混合すると、Fe合金粉末の周囲に、ファンデルワールス力によってSi微粉末が薄く、かつ均一に吸着される。この混合粉末は、ベースとなるFe-Cr-Si合金粉末が微粉ではないため、混合粉末の流動性、圧縮性ともに優れ、造粒する手間

も不要で、通常の粉末冶金法の手法に容易に適用することが可能である。このような混合粉末を所望の金型に充填し、圧粉成形して得られた成形体を焼結すると、Fe合金粉末周囲に薄くかつ均一に吸着したSi微粉末が、Fe合金内へ急速に拡散するので、得られる焼結部材の合金成分は各部で均一であり、元のSi粉末の箇所に気孔が残留することもない。

[0020] Si微粉末の平均粒径が $45\mu\text{m}$ を超えると、Si粉末の重量が大きくなり、ファンデルワールス力による付着力より重力が大きくなって、Fe合金粉の周囲への付着が生じにくくなる。また、付着しないSi粉末が増加すると、Siの拡散が不均一になって磁気特性にばらつきを生じたり、混合粉末中でSi粉末どうしが凝集し、焼結後、凝集粉のあった位置に粗大な気孔が残留して、密度の向上が阻害されて磁束密度の低下の要因となる。一方、 $1\mu\text{m}$ に満たないものは、工業的に高価である。これらの観点から、Si粉末の平均粒径を $1\sim 45\mu\text{m}$ とする。

[0021] 次に、上記Fe合金粉末とSi微粉末との混合は、通常の粉末冶金法における単純な乾式混合法で十分である。上記のように、必要なSi量の一部は既にFe合金に固溶して与えてあるため、追加の微粉末で添加するSiは少量で済む。このため、上記のSi粉末どうしの凝集が生じにくく、単純な乾式混合であっても、上記のファンデルワールス力によるSi微粉末の均一な付着が得られる。

[0022] ただし、より均一なSiの拡散を図る場合には、湿式混合法を用いてもよい。すなわち、Si粉末を水またはエタノール中に分散させた分散液を予め用意し、この分散液にFe合金粉末を浸漬するか、もしくはこの分散液をFe合金に噴霧し、この後、乾燥させたものを使用する。これによって、Fe合金粉末へのより一層の均一なSi微粉末の付着が得られ、効果的である。

[0023] 上記湿式混合法を採用する場合、上記分散液に、PVPやPVA等の結合剤を添加すると、Fe合金粉末へのSi微粉末の付着がより強固となるので好ましい。結合剤の添加量は、付着させるSi粉末が微粉であるため、混合粉末100質量%に対して1質量%以下で十分である。過度の結合剤の添加は、脱脂に要する時間が長くなるおそれがあるので、好ましくない。

[0024] なお、上記分散液に、分散剤および／または界面活性剤を添加してもよい。分散

液に分散剤を添加すると、分散液中にSi微粉末が沈降せず均一に分散する。また、界面活性剤を添加すると、Fe合金粉末およびSi微粉末と分散液との濡れ性が改善される。いずれの場合も、Si微粉末のより一層の均一付着が可能となる。

### 実施例 1

- [0025] ー100メッシュで、表1に示す組成のFe合金粉末に、平均粒径が $10\mu\text{m}$ のSi粉末を添加して混合した混合粉末を、成形圧力:700MPaで、外径: $\phi 30\text{mm}$ ×内径: $\phi 20\text{mm}$ ×高さ:5mmのリング状の試験片に圧粉成形し、得られた成形体を $10^{-3}\text{Torr}$ の減圧ガス雰囲気中で $1200^{\circ}\text{C}$ ×60分間焼結し、表1に示す試料番号01~07の試料を得た。これらの試料について、硬さ、密度、摩耗量、直流磁気特性、交流磁気特性、電気特性および耐食性について評価した結果を表2に示す。なお、これらの評価のための測定／試験方法は、次の通りである。なお、以下、実施例1~5において使用するFe合金粉末は全て $600^{\circ}\text{C}$ で焼鈍処理を行った粉末である。
- [0026] 硬さは、ロックウェル硬さのBスケールを用い測定した。密度は、アルキメデス法により測定した。摩耗量は、ソレノイドバルブを想定した60rpmで1000万回の繰り返し衝撃試験を行い、試験前後の寸法を測定し、測定値の差を摩耗量として測定した。
- [0027] 直流および交流磁気特性の評価は、1次側100回、2次側20回巻線し、直流と交流のB-H曲線を室温( $20^{\circ}\text{C}$ )にて測定して行った。直流磁気特性として、各試験片の磁界強さ2000(A/m)における磁束密度 $B_{2000}$ 、および透磁率 $\mu_m$ を測定し、交流磁気特性として周波数1kHzで励磁磁束密度0.1Tの鉄損値W(0.1T/1kHz)を測定した。
- 電気特性の評価は、比抵抗 $\rho$ を、試験片表面を#800の研磨紙で磨き、研磨面を四探針法により測定した。
- [0028] 耐蝕性の評価は、 $80^{\circ}\text{C}$ で湿度90%の高温多湿環境下での環境試験を行い、100時間で発錆状況を目視により判断した。評価は、錆の発生が認められないものについては○、ほぼ全面に錆が発生したものについては×、全面ではないがある程度の錆が発生したものについては△とした。
- [0029] なお、本実施例では摩耗量の目標値を $5\mu\text{m}$ 以下、軸特性の目標値を磁束密度1.2T以上、透磁率3000以上かつ鉄損10W/kg以下とし、耐食性の目標値を△以

上として評価を行った。

[0030] [表1]

試料 番号	配 合 比 質 量%						全 体 組 成 質 量%		
	殘部	F e 合 金 粉 末			S i 粉 末		F e	C r	S i
		粉 末 組 成 質 量%							
		F e	C r	S i	平均粒徑 μ m				
0 1	殘部	殘部	—	3.00	0.50	10.00	殘部	—	3.49
0 2	殘部	殘部	1.50	3.00	0.50	10.00	殘部	1.49	3.49
0 3	殘部	殘部	3.00	3.00	0.50	10.00	殘部	2.99	3.49
0 4	殘部	殘部	4.00	3.00	0.50	10.00	殘部	3.98	3.49
0 5	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	10.00	殘部	5.97	3.49
0 6	殘部	殘部	8.00	3.00	0.50	10.00	殘部	7.96	3.49
0 7	殘部	殘部	10.00	3.00	0.50	10.00	殘部	9.95	3.49

[0031] [表2]

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg/m}^3$	直 流 磁 気 特 性		交 流 磁 気 特 性	電 気 特 性	耐 食 性
				$B_{2000}$ T	$\mu_n$	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
0 1	88	3	7.50	1.48	3800	8.5	115	×
0 2	87	3	7.45	1.45	3700	8.5	116	×
0 3	88	3	7.40	1.40	3600	8.5	118	△
0 4	89	3	7.35	1.36	3500	8.4	118	○
0 5	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
0 6	90	2	7.26	1.26	3000	8.3	121	○
0 7	90	2	7.15	1.19	2700	8.5	121	○

[0032] 表1および表2より、Fe合金粉末中のCr量の添加量の影響は以下の通りであることがわかった。

(1) 硬さおよび耐摩耗性は、ほぼ一定の値を示し、Cr添加量の影響はほとんど認められない。これは、Siが3質量%添加されていることによって、既に基地硬さが増加していることによると考えられる。

(2) 密度は、Fe合金粉末中のCr量が増加するにしたがって基地中のFeの含有量が低下する結果、低下する傾向を示し、それにともない基地中のFeの占積率が低下する結果、磁束密度も低下する傾向を示す。特に、Cr量が8質量%を超える試料番号07の試料では磁束密度の低下が著しく、目標とする1.2Tを下回っている。

(3) 透磁率もFe合金粉末中のCr量の増加にしたがい低下する傾向を示し、特に、C



r量が8質量%を超える試料番号19の試料では目標値を下回っている。

(4)比抵抗は、Fe合金粉末中のCr量の増加にしたがって若干ではあるが向上する傾向を示す。

(5)鉄損は、比抵抗の増加によりFe合金粉末中のCr量が6～8質量%の範囲で最小となるが、Cr量が8質量%を超えると、磁束密度、透磁率ともに低下するためヒステリシス損が増加することにより、鉄損が増加する傾向を示す。ただし、この変動は目標範囲内である。

(6)耐食性は、Fe合金粉末中のCr量の影響を最も強く受け、Cr量が3質量%に満たない試料番号01および02の試料では、全面に錆が認められた。Cr量が3質量%の試料番号03の試料は若干の錆が認められたものの、概ね良好な外観を示していた。その他のCr量が4質量%以上の試料では、錆の発生は認められず良好な外観を示していた。

[0033] 以上より、Fe合金粉末中のCr量は3質量%以上で錆に対する耐食性の効果が認められ、特に4質量%以上で良好な耐食性を示すが、Cr量が8質量%を超えると、磁束密度、透磁率の低下が著しいため、3～8質量%、好ましくは4～8質量%の範囲で良好な摩耗量、磁気特性および耐食性が得られることがわかった。

## 実施例 2

[0034] 表3に示す組成のFe合金粉末に、表3に示す割合でSi粉末を添加し混合した混合粉末を用意し、実施例1と同様の条件で試料番号08～12の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例1の試料番号05の試料の結果とともに表4に示す。また、 $-40^{\circ}\text{C}$ 、 $200^{\circ}\text{C}$ における透磁率も測定し、室温( $20^{\circ}\text{C}$ )の場合を100とする指数で表した結果を同じく実施例1の試料番号05の試料の結果とともに表5に示す。

[0035] [表3]

試料 番号	配 合 比 質 量 %						全 体 組 成 質 量 %		
	殘部	F e 合 金 粉 末			S i 粉 末		F e	C r	S i
		粉 末 組 成 質 量 %			平均粒徑 μ m				
		F e	C r	S i					
0 8	殘部	殘部	6.00	1.00	—	10.00	殘部	5.97	1.00
0 9	殘部	殘部	6.00	1.50	—	10.00	殘部	6.00	1.50
1 0	殘部	殘部	6.00	1.50	0.50	10.00	殘部	5.97	1.99
1 1	殘部	殘部	6.00	2.00	—	10.00	殘部	6.00	2.00
0 5	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	10.00	殘部	5.97	3.49
1 2	殘部	殘部	6.00	3.50	0.50	10.00	殘部	5.97	3.98
1 3	殘部	殘部	6.00	4.00	0.50	10.00	殘部	5.97	4.48

[0036] [表4]

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu m$	密度 $Mg/m^3$	直 流 磁 気 特 性		交 流 磁 気 特 性	電 気 特 性	耐 食 性
				$B_{2000}$ T	$\mu_n$	$W(0.1T/1kHz)$ W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu \Omega cm$	
0 8	65	10	7.42	1.43	3500	18.3	35	○
0 9	70	5	7.36	1.39	3500	10.3	60	○
1 0	70	5	7.35	1.35	3500	9.9	87	○
1 1	82	4	7.33	1.33	3500	9.5	99	○
0 5	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
1 2	95	2	7.15	1.20	3300	9.6	131	○
1 3	105	1	7.05	1.10	2900	10.8	142	○

[0037] [表5]

試料 番号	温度変化による最大透磁率の変化			
	常温	-40℃	200℃	ばらつき の幅
0 8	100	86	116	30 %
0 9	100	92	109	17 %
1 0	100	93	108	15 %
1 1	100	94	106	12 %
0 5	100	95	105	10 %
1 2	100	96	105	9 %
1 3	100	97	103	6 %

[0038] 表3および表5より、全体組成中のSi量およびFe合金粉末中のSi量の影響は以下の通りであることがわかった。

(1) 硬さは、Fe合金粉末中のSi量および全体組成中のSi量が増加するにしたがい増加する傾向を示し、これに伴い摩耗量が大きく減少する傾向が認められる。ただし、Si量が1.5質量%に満たない試料番号08の試料では硬さが乏しく、摩耗量は10

$\mu\text{m}$ と大きくなっている。

(2)密度は、Fe合金粉末中のSi量の増加にしたがいFe合金粉末の硬さが増加する結果、圧縮性の低下に伴い低下する傾向を示している。このため磁束密度も低下し、Fe合金粉末中のSi量が3.5質量%を超える試料番号12の試料では磁束密度の低下が著しく、目標とする1.2Tを下回っている。

(3)透磁率は、Fe合金粉末中のSi量および全体組成中のSi量の増加にしたがい若干の低下傾向を示すが、目標範囲内の良好な透磁率を示している。

(4)比抵抗は、Fe合金粉末中のSi量および全体組成中のSi量の増加にしたがい大きく向上する傾向を示す。

(5)鉄損は、全体組成中のSi量が1.5質量%に満たないと目標とする鉄損 $10\text{W/kg}$ より大きい値を示すが、Fe合金粉末中のSi量が増加するにしたがい、またSi粉末を添加するにしたがい、比抵抗が増加することにより、渦電流損が低下して鉄損が低下する。ただし、3質量%を超えると、Feの占積率が低下して磁束密度、透磁率が低下するため、ヒステリシス損が増加して鉄損は増加する傾向を示し、Fe合金粉末中のSi量が3.5質量%を超えると、目標とする鉄損 $10\text{W/kg}$ より大きくなる。

(6)耐食性は、いずれの試料も全体組成中のSi量の影響を受けず、良好である。

[0039] さらに、表3および表5より、使用環境温度が $-40^{\circ}\text{C}$ から $200^{\circ}\text{C}$ に変化したときの透磁率の変化(ばらつきの幅)は、2質量%のSi添加により、半減していることがわかる。また、全体組成中のSi量がさらに増加するにしたがい透磁率のばらつきの幅は小さくなることがわかる。よって、環境温度が磁気特性に及ぼす影響を小さくするためには2質量%以上のSiを添加することにより、変化の幅を $1/2$ 以下に抑制することができることが確認された。

[0040] 表3～5の試料番号10および11の試料を比較すると、両者はほぼ同じ全体組成であり、Siの添加方法によらず、同等の特性を示すことがわかる。よって、Fe合金粉末のみを用いてもよく、またFe合金粉末にSi粉末を添加してした混合粉末を用いてもよいことが確認された。

[0041] 以上より、Fe合金粉末中のSi量は、1.5～3.5質量%の範囲で、摩耗量が小さく、かつ高い磁束密度および高い透磁率の直流磁気特性および低鉄損の交流磁気特

性に優れた特性を示すことがわかった。また、Fe合金粉末中のSi量が1.5質量%以上で使用環境温度が変化しても磁気特性のばらつきが少なくなることがわかった。またFe合金粉末を単独で用いてもよいことがわかった。

### 実施例 3

[0042] 実施例1の試料番号05の試料で用いたFe合金粉末に、表6に示すようにSi粉末の添加量を変えた混合粉末を用意し、実施例1と同様の条件で試料番号14～21の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例1の試料番号05の試料の結果とともに表7に示す。

[0043] [表6]

試料 番号	配 合 比 質 量 %						全 体 組 成 質 量 %		
	F e 合 金 粉 末				S i 粉 末		F e	C r	S i
	粉 末 組 成 質 量 %								
	F e	C r	S i						
1 4	殘部	殘部	6.00	3.00	0.10	10.00			
0 5	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	10.00	殘部	5.97	3.49
1 5	殘部	殘部	6.00	3.00	1.00	10.00	殘部	5.94	3.97
1 6	殘部	殘部	6.00	3.00	1.50	10.00	殘部	5.91	4.46
1 7	殘部	殘部	6.00	3.00	2.00	10.00	殘部	5.88	4.94
1 8	殘部	殘部	6.00	3.00	2.50	10.00	殘部	5.85	5.43
1 9	殘部	殘部	6.00	3.00	3.00	10.00	殘部	5.82	5.91
2 0	殘部	殘部	6.00	3.00	3.50	10.00	殘部	5.79	6.40
2 1	殘部	殘部	6.00	3.00	4.00	10.00	殘部	5.76	6.88

[0044] [表7]

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg/m}^3$	直 流 磁 気 特 性		交 流 磁 気 特 性	電 気 特 性	耐 食 性
				$B_{2000}$ T	$\mu_n$	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
1 4	88	3	7.33	1.33	3300	8.4	114	○
0 5	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
1 5	95	2	7.26	1.28	3600	8.2	130	○
1 6	105	1	7.22	1.25	4000	8.0	139	○
1 7	108	1	7.19	1.23	4500	8.2	141	○
1 8	110	1	7.16	1.22	4600	8.3	145	○
1 9	113	1	7.13	1.21	4700	8.7	151	○
2 0	115	1	7.10	1.20	6000	8.9	156	○
2 1	120	1	7.04	1.10	4200	10.4	160	○

[0045] 表6および表7より、添加するSi微粉末の添加量の影響は以下の通りであることが

わかった。

(1) Si微粉末の添加量が0.1質量%より増加するにしたがい硬さが向上し、摩耗量が低減する。

(2) 密度はSi添加量が増加するにつれ低下し、磁束密度は低下する傾向を示し、特にSi微粉末添加量が3.5質量%を超える試料番号21の試料では、磁束密度の低下が著しい。

(3) 透磁率は、Si微粉末の添加量が増加するにしたがい向上する傾向を示すが、Si微粉末添加量が3.5質量%を超えると、逆に大きく低下する傾向を示す。

(4) 比抵抗は、Si微粉末の添加量が増加するにしたがい向上している。

(5) 鉄損は、比抵抗の向上にともないSi微粉末添加量が1.5質量%までは低下するものの、1.5質量%を超えると、磁束密度が低下するため鉄損は大きくなる傾向を示す。そして、Si微粉末添加量が3.5質量%を超えると磁束密度が著しく低下するため、鉄損の増加が著しくなる。

(6) 耐食性は、いずれの試料もSi粉末の添加量の影響を受けず、良好である。

[0046] よって、Si微粉末の添加量は0.1～3.5質量%の範囲で、目標とする摩耗量、磁気特性および耐食性の全てを満足する結果が得られることがわかった。

#### 実施例 4

[0047] 表1の試料番号05の試料で用いたFe合金粉末に、表8に示す平均粒径が異なるSi粉末を添加し混合した混合粉末を用意し、実施例1と同様の条件で試料番号22～25の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例1の試料番号05の試料の結果とともに表9に示す。

[0048] [表8]

試料 番号	配 合 比 質 量 %						全 体 組 成 質 量 %		
		F e 合 金 粉 末			S i 粉 末		F e	C r	S i
		粉 末 組 成 質 量 %			平均粒径 μ m				
		F e	C r	S i					
2 2	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	1.00	殘部	5.97	3.49
0 5	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	10.00	殘部	5.97	3.49
2 3	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	25.00	殘部	5.97	3.49
2 4	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	45.00	殘部	5.97	3.49
2 5	殘部	殘部	6.00	3.00	0.50	75.00	殘部	5.97	3.49

[0049] [表9]

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 μ m	密度 Mg/m <sup>3</sup>	直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				B <sub>2000</sub> T	μ <sub>n</sub>	W(0.1T/1kHz) W/kg	比抵抗 ρ μ Ω cm	
2 2	91	2	7.30	1.30	3600	8.3	122	○
0 5	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
2 3	89	2	7.30	1.30	3400	8.5	118	○
2 4	88	3	7.28	1.28	3000	8.8	117	○
2 5	80	6	7.20	1.18	2200	10.7	117	○

[0050] 表8および表9は、添加するSi粉末の平均粒径の影響を調べたもので、これらの試料より次のことがわかる。

(1) 平均粒径が細かいものほど硬さが増加して摩耗量が低減しているが、平均粒径が $45\mu\text{m}$ を超える試料番号25の試料は、摩耗量が $5\mu\text{m}$ を超えている。

(2) 密度は、Si粉末の平均粒径が $25\mu\text{m}$ 以下では一定で、それを超えると低下する傾向を示すが、これはSiの粗大粒子が均一に拡散しないことに起因する。このため、磁束密度も同じく平均粒径が $25\mu\text{m}$ 以下では一定で、それを超えると低下する傾向を示している。この磁束密度の低下は、Si粉末の平均粒径が $45\mu\text{m}$ を超えると著しく低下し、1.2Tを下回っている。

(3) 透磁率は、Si粉末の平均粒径が大きくなるにしたがい低下する傾向を示し、Si粉末の平均粒径が $45\mu\text{m}$ を超える試料番号25の試料では、その値が著しく低下している。これもSiの粗大粒子が均一に拡散しないため、結晶粒の成長が不均一になることによるものである。

(4) 比抵抗は、Si粉末の平均粒径の影響をほとんど受けず、ほぼ一定の値を示す。

(5) 鉄損は、渦電流損とヒステリシス損の和である。このため、Si粉末が小さく均一に拡散する領域では結晶粒が均一に成長することにより高い透磁率が得られ、ヒステリシス損が低下して鉄損が低くなる。ただし、Si粉末の平均粒径が大きくなるにしたがい透磁率が低下するので、ヒステリシス損が大きくなる。このため、これらの総和である鉄損は、Si粉末の平均粒径が $10\mu\text{m}$ で最小となり、Si粉末の平均粒径が大きくなるにしたがい増加する傾向を示す。

(6) 耐食性は、いずれの試料もSi粉末の平均粒径の大きさの影響を受けず、良好で

ある。

[0051] 以上より、添加するSi粉末の粒径は細かいものほどよいが、平均粒径が $45\mu\text{m}$ を超えると、透磁率および磁束密度の低下が著しくなるとともに、耐摩耗性が低下し、鉄損の増加も著しいため、平均粒径が $45\mu\text{m}$ 以下のSi微粉末が好適であることがわかった。

## 実施例 5

[0052] 実施例1の試料番号05の試料における粉末の混合形態を、表10に示す(B)～(D)のようにして、Fe合金粉末の周囲にSi微粉末を被覆させる方法を変え、試料26～28を得た。なお、混合形態以外は、実施例1の試料番号05の試料と同じ製造工程である。また、表10の(A)は、実施例1で行った単純な乾式混合である。

(B) Si粉末をエタノール中に分散させた分散液中にFe合金粉末を浸漬して流動させながらエタノールを揮発乾燥させた。

(C) Si粉末をエタノール中に分散させた分散液をFe合金粉末に噴霧しつつ流動させながらエタノールを揮発させて乾燥させた。

(D) 上記(C)において、分散液中にバインダ成分として0.25質量%のPVPを添加したものを用いた。

以上の場合の特性の変化を、表11に示す。

[0053] [表10]

試料番号	混合方法
05	(A) 乾式混合
26	(B) Si粉末分散液中にFe合金粉末を浸漬し乾燥
27	(C) Si粉末分散液をFe合金粉末に噴霧しつつ乾燥
28	(D) (C)の分散液中にPVPを0.25質量%添加

[0054] [表11]

試料 番号	評 価 項 目							
	硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg}/\text{m}^3$	直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				$B_{2000}$ T	$\mu_n$	$W(0.1\text{T}/1\text{kHz})$ W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
05	90	2	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
26	91	2	7.31	1.35	3800	8.2	120	○
27	91	2	7.33	1.37	3900	8.0	120	○
28	91	2	7.36	1.40	4100	7.9	120	○

[0055] 表10および表11によれば、(A)の混合形態より(B)、(C)、(D)の混合形態になるにしたがい、Si微粉末の分散形態がより均一であるため、Siの拡散がより均一になり、そのため密度が増加して磁束密度の向上が認められる。また、Siのより均一な拡散により、結晶粒がより均一に成長するため透磁率が向上し、ヒステリシス損が低下して鉄損が低下することがわかる。

[0056] 以上の実施例1～4で検証したように、Si微粉末は単純な乾式混合であっても十分な磁気特性向上の効果が得られるが、実施例5では、混合形態を湿式に変更することで、より一層の磁気特性の向上が果たせることが確認された。

#### 実施例 6

[0057] 上記の第1～5実施例で用いたFe合金粉末は、600℃で焼鈍を施した粉末であるが、第1実施例の試料番号05の原料粉末において、Fe合金粉末の焼鈍温度を表12に示す温度に変更して試料番号29～34の試料作製および評価を行った。その結果を、実施例1の試料番号05の試料の結果とともに表12に併せて示す。

[0058] [表12]

試料 番号	焼鈍温度 ℃	評 価 項 目								
		硬さ HRB	摩耗量 $\mu\text{m}$	密度 $\text{Mg}/\text{m}^3$		直流磁気特性		交流磁気特性	電気特性	耐食性
				成形体	焼結体	$B_{2000}$ T	$\mu_n$	$W(0.1\text{T}/1\text{kHz})$ W/kg	比抵抗 $\rho$ $\mu\Omega\text{cm}$	
29	400	95	10	6.30	7.00	1.10	2500	9.3	130	×
30	500	93	5	6.40	7.10	1.15	2600	8.8	125	×
05	600	90	2	6.70	7.30	1.30	3500	8.3	120	○
31	700	85	2	6.80	7.35	1.38	4000	8.2	115	○
32	750	83	2	6.90	7.40	1.40	4500	8.1	113	○
33	800	80	2	7.00	7.45	1.42	4800	8.0	110	○
34	850	90	2	6.70	7.25	1.25	3000	8.8	123	○

[0059] 表12より、次のことがわかる。



(1) 焼鈍温度が高いものほど、Fe合金粉末に蓄積した歪みが除去されて、圧縮性が向上する結果、成形体密度が向上し、このため焼結体密度が向上している。ただし、焼鈍温度が600℃に満たない試料番号29や30の試料では、歪み除去の効果が乏しく、圧縮性が低くなって、十分な成形体密度が得られていないことがわかる。一方、焼鈍温度が850℃の試料番号34の試料では、焼鈍温度が高くなりすぎた結果、Fe合金粉末どうしが拡散により結合してしまった。このため上記の試験は結合した粉末を機械的に破断させて用いたところ、Fe合金粉末に加工歪みが蓄積されて、圧縮性を却って損なう結果となって、成形体密度が低下し、焼結体密度が低下している。

(2) 焼結体密度の向上にともない、硬さが増加するとともに摩耗量が低減されて、耐摩耗性が向上していることがわかる。ただし、焼鈍温度が600℃に満たない試料番号29や30の試料では、焼結体密度が不十分で、硬さが低く、摩耗量が増加している。

(3) 磁束密度および透磁率は、焼結体密度の向上にともない、焼鈍温度の高いものほど高い値を示している。

(4) 比抵抗および鉄損は、Fe合金粉末の焼鈍温度の影響をほとんど受けず、ほぼ一定の値を示す。

(5) 耐食性は、焼鈍温度が600℃以上の試料ではいずれも良好であるが、焼鈍温度が低くなるにつれて、焼結体密度が低下する結果、耐食性が悪くなっている。

[0060] 以上より、焼鈍温度は600℃で十分な特性を示すが、焼鈍温度が高くなるにつれて、より一層の磁気特性、特に磁束密度の改善が行えることがわかった。ただし、焼鈍温度が800℃を超えるとFe合金粉末どうしが拡散により結合し、解砕の手間がかかるとともに、解砕しても加工歪みが粉末に与えられる結果、特性が却って悪くなることがわかった。また、焼鈍温度が500℃以下ではFe合金粉末の歪み除去が不十分で、特性が低下することとなることがわかった。

#### 産業上の利用可能性

[0061] 本発明の焼結軟磁性部材の製造方法によれば、Fe合金粉末中にSiが均一に拡散し、このため、合金成分の分布が均一となり、また、高価なFe合金微粉末を用いないことに伴ってそのための造粒工程が不要になるので、安価に製造できること、および使用する環境温度に対して磁気特性が安定であることから、自動車用電子燃料噴

射装置、油圧機器および各種工作機器のソレノイドバルブに用いられるプランジャや各種アクチュエータ等の、交流磁気特性とともに耐食性と強度を要求される部材に用いられる焼結軟磁性部材を好適に製造することができる。

## 請求の範囲

- [1] 全体組成が、質量比で、Cr:2.9～7%、Si:1.5～6.88%、および残部がFeおよび不可避不純物からなることを特徴とする焼結軟磁性部材。
- [2] 平均粒径が75～150  $\mu\text{m}$ のCr:3～7質量%、Si:1.5～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなるFe合金粉末を、所望の形状に圧粉成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする焼結軟磁性部材の製造方法。
- [3] 平均粒径が1～45  $\mu\text{m}$ のSi粉末:0.1～3.5質量%と、平均粒径が75～150  $\mu\text{m}$ のCr:3～7質量%、Si:1.5～3.5質量%および残部がFeおよび不可避不純物からなるFe合金粉末とからなる混合粉末を、所望の形状に圧粉成形し、得られた成形体を焼結することを特徴とする焼結軟磁性部材の製造方法。
- [4] 前記Fe合金粉末が、600～800℃で加熱焼鈍されていることを特徴とする請求項2または3に記載の焼結軟磁性部材の製造方法。
- [5] 前記Si粉末が前記Fe合金粉末表面にバインダを介して被覆されていることを特徴とする請求項3または4に記載の焼結軟磁性部材の製造方法。
- [6] 前記混合粉末が、水またはエタノール中に前記Si粉末を分散させた分散液に前記Fe合金粉末を浸漬するか、もしくは前記分散液を前記Fe合金粉末に噴霧し、その後、乾燥させて得たものであることを特徴とする請求項3～5のいずれかに記載の焼結軟磁性部材の製造方法。
- [7] 前記分散液中に、前記混合粉末100質量%に対し1質量%以下の結合剤をさらに添加することを特徴とする請求項6に記載の焼結軟磁性部材の製造方法。